

(115824C)

Reference 4 (translation of claims):

JP Patent Application Disclosure No. 6-087609 - March 29, 1994

Application No. 4-160358 - May 27, 1992

Applicant: Nippon Aerosil K.K., Tokyo, JP

Title: Fine silicon dioxide powder for resin filling material

Claims:

1. Method for the preparation of a fine silicon dioxide powder, characterized by hydrophobizing fine silicon dioxide powder, which was obtained through flame hydrolysis of halogenated silane, using organic silicon compound and then mechanically crushing the same.

2. Method according to Claim 1, wherein the fine silicon dioxide power obtained through flame hydrolysis of halogenated silane is mechanically crushed to a specific surface area of $80\text{m}^2/\text{g}$ to $180\text{m}^2/\text{g}$ and a bulk specific gravity of $80\text{g}/\text{l}$ to $300\text{g}/\text{l}$ after the hydrophobic treatment using organic silicon compound.

SILICON DIOXIDE FINE POWDER FOR RESIN FILLING MATERIAL

Patent Number: **JP6087609**

Publication date: **1994-03-29**

Inventor(s): **HONDA SEIICHI; others: 01**

Applicant(s): **NIPPON AEROJIRU KK**

Requested Patent: **JP6087609**

Application Number: **JP19920160358 19920527**

Priority Number(s):

IPC Classification: **C01B33/18; C01B13/32; C08K3/26**

EC Classification:

Equivalents: **JP3291588B2**

Abstract

PURPOSE: To prevent a silicon dioxide fine powder from becoming cloudy at the time of mixing with a resin and to obtain a low torque value by giving hydrophobic treatment to silicon dioxide fine powder obtained by flame hydrolysis of halogenated silane by an organic silicon compound before mechanically crushing.

CONSTITUTION: Gaseous silicon tetrachloride is passed through the flame of oxygen and hydrogen and given hydrolysis under high temperatures to obtain fine powder is silicon dioxide. An organic silicon compound for hydrophobic treatment is that which is combined with hydroxide groups of the surface of the silicon dioxide fine powder to block them and in itself has hydrophobic groups. For example, it is hexamethyldisilazane. Its used quantity is 0.5-40wt.% of the raw material, silicon dioxide fine powder. Reaction conditions of the hydrophobic treatment are not specially limited, but both the compounds are mixed in an atmosphere of inert gas and kept at 60-350 deg.C for 10min to 4hr before the mixture is dried to remove unreacted substances and by-products. After hydrophobic treatment, the product is pulverized by a ball mill, etc., to obtain powder of 80-180m²/g specific surface area, 80-300g/l bulk density and <=10kg.cm torque reference after resin filling.

Data supplied from the **esp@cenet** database - I2

Bibli graphic Fields**Document Identity**

(19)【発行国】

日本国特許庁(日)

(12)【公報種別】

公開特許公報(A)

(11)【公開番号】

特開平6-87609

(43)【公開日】

平成6年(1994)3月29日

Public Availability

(43)【公開日】

平成6年(1994)3月29日

Technical

(54)【発明の名称】

樹脂充填材用二酸化珪素微粉末

(51)【国際特許分類第5版】

C01B 33/18 C 7202-4G

13/32 9152-4G

C08K 3/26 7242-4J

【請求項の数】

2

【全頁数】

6

Filing

【審査請求】

[Request for Examination]

未請求

Unrequested

(21)【出願番号】

(21) [Application Number]

特願平4-160358

Japan Patent Application Hei 4 - 160358

(22)【出願日】

(22) [Application Date]

平成4年(1992)5月27日

1992 (1992) May 27 days

Parties**Applicants**

(71)【出願人】

(71) [Applicant]

【識別番号】

390018740

【氏名又は名称】

日本アエロジル株式会社

【住所又は居所】

東京都港区南青山2丁目24番15号

Inventors

(72)【発明者】

【氏名】

本多 誠一

【住所又は居所】

三重県四日市市三田町3番地 日本アエロジル
株式会社四日市工場内

(72)【発明者】

【氏名】

池田 洋

【住所又は居所】

三重県四日市市三田町3番地 日本アエロジル
株式会社四日市工場内**Agents**

(74)【代理人】

【弁理士】

【氏名又は名称】

大家 邦久 (外1名)

Abstract

(57)【要約】

【構成】

樹脂充填材用二酸化珪素微粉末であって、樹脂に充填後の基準トルク値が 10Kg·cm 以下であり、樹脂の透明性を維持する二酸化珪素微粉末。

【効果】

本二酸化珪素微粉末は樹脂に混入したときに白濁を生じることがなく、かつ低いトルク値を得ることができる。

[Identification Number]

390018740

[Name]

NIPPON AEROSIL CO. LTD. (DB 69-070-2188)

[Address]

Tokyo Prefecture Minato-ku Minami Aoyama 2-Chome 24
turn 15

(72) [Inventor]

[Name]

Honda Seiichi

[Address]

Inside of Mie Prefecture Yokkaichi City Mita town No. 3
Nippon Aerosil Co. Ltd. (DB 69-070-2188) Yokkaichi
Works

(72) [Inventor]

[Name]

Ikeda ocean

[Address]

Inside of Mie Prefecture Yokkaichi City Mita town No. 3
Nippon Aerosil Co. Ltd. (DB 69-070-2188) Yokkaichi
Works

(74) [Attorney(s) Representing All Applicants]

[Patent Attorney]

[Name]

Ooya Kunihisa (1 other)

(57) [Abstract]

[Constitution]

With silicon dioxide fine powder for resin filler, standard torque after being filled being 10 Kg * cm or less in resin, silicon dioxide fine powder, which maintains transparency of resin

[Effect(s)]

This silicon dioxide fine powder when mixing to resin, causes clouding, torque whereis not, at same time is low can be acquired.

Claims**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

ハロゲン化シランの火炎加水分解によって得た二酸化珪素微粉末を有機珪素化合物によって疎水化処理した後に機械的に粉碎することを特徴とする二酸化珪素微粉末の製造方法。

【請求項 2】

ハロゲン化シランの火炎加水分解によって得た二酸化珪素微粉末を有機珪素化合物によって疎水化処理した後に、比表面積 $80\text{m}^2/\text{g}$ ~ $180\text{m}^2/\text{g}$ 、嵩比重 80g/l ~ 300g/l に機械的に粉碎する請求項 1 の方法。

Specification**【発明の詳細な説明】****【0001】****【産業上の利用分野】**

本発明は、各種樹脂組成物に添加した際に、樹脂の透明性を損なわず、かつ硬化前のトルク値を低く維持できる疎水化された二酸化珪素微粉末の製造方法に関する。

【0002】

室温硬化型エラストマー、接着剤、あるいは高温加硫型シリコンゴム等として用いられる各種樹脂組成物において、硬化後に高い強度特性を賦与するために樹脂に充填剤を添加する場合が多く、従来、二酸化珪素粉末が充填剤として用いられている。

一方、これらの樹脂組成物は、成形時間や成形時の取扱い易さなどの点から、硬化前のトルク値ができるだけ低く、具体的には $10\text{Kg}\cdot\text{cm}$ 以下であることが求められる。

ところが、一般に充填剤の添加量が多くなると樹脂のトルク値が高くなり、通常の二酸化珪素粉末用いた場合には、これを 40 重量部程度を添加して必要強度を達成する条件下で、 $10\text{Kg}\cdot\text{cm}$ 以下のトルク値を得るのは難しい。

【0003】

そこで、従来、二酸化珪素粉末を比表面積 $80\text{m}^2/\text{g}$ ~ $180\text{m}^2/\text{g}$ 、嵩比重 80g/l ~ 300g/l に微細化し、かつ疎水化することにより低トルク値を得る試みがなされているが、従来の上記二酸化珪素粉末には凝集物が多く含まれるため、これを

【Claim(s)】**【Claim 1】**

silicon dioxide fine powder which is acquired with flame hydrolysis of halosilane with organosilicon compound hydrophobic treatment after doing, is pulverized in mechanical manufacturing method。 of the silicon dioxide fine powder which is made feature

【Claim 2】

silicon dioxide fine powder which is acquired with flame hydrolysis of halosilane with organosilicon compound hydrophobic treatment after doing, method。 of Claim 1 which in specific surface area $80\text{m}^2/\text{g}$ ~ $180\text{m}^2/\text{g}$ 、bulk specific gravity 80g/l ~ 300g/l is pulverized in mechanical

【Description of the Invention】**【0001】****【Field of Industrial Application】**

this invention, occasion where it adds to various resin composition, does not impair transparency of resin, hydrophobicizing which at same time can maintain torque before hardening low regards manufacturing method of silicon dioxide fine powder which is done.

【0002】

After hardening when filler is added to resin in order to granthigh intensity characteristic in various resin composition which are used as room temperature curing type elastomer、adhesive、or high temperature vulcanization type silicone rubber etc, is many, until recently, silicon dioxide powder is used as the filler.

On one hand, as for these resin composition, from ease of handling or other point at time of molding time and formation, torque before hardening is low as much as possible, they are $10\text{Kg}\cdot\text{cm}$ or less concretely, it is sought.

However, when becomes generally addition quantity of filler many, when the torque of resin becomes high, conventional silicon dioxide powder uses, this adding 40 parts by weight extent, under condition which achieves necessary strength, as for obtaining torque of $10\text{Kg}\cdot\text{cm}$ or less it is difficult.

【0003】

But then, until recently, silicon dioxide powder narrowing is done in specific surface area $80\text{m}^2/\text{g}$ ~ $180\text{m}^2/\text{g}$ 、bulk specific gravity 80g/l ~ 300g/l , attempt which obtains low torque at same time by hydrophobicizing doing has done, because agglomerate is mainly included in conventional

樹脂に充填すると樹脂の透明性を損なう問題がある。

一例として、シリコンオイル 100 重量部に従来の二酸化珪素粉末微粉末 40 重量部を添加したときのトルク値は 8Kg·cm であるが、凝集物が多く含まれているために樹脂が白濁し透明性が損なわれる。

この凝集物は、二酸化珪素の微粒子が凝集して生じる粒径約 1mm 程度の白色の粗粒子であり、樹脂に添加して機械的に攪拌混合しても分散しない。

【0004】

【発明の解決課題】本発明は、従来の上記課題を解決するものであって、樹脂に添加された際に、樹脂の透明性を損なわず、しかも低トルク値を与える疎水化された二酸化珪素微粉末の製造方法を提供することを目的とする。

【0005】

従来、比表面積 $80\text{m}^2/\text{g} \sim 180\text{m}^2/\text{g}$ 、嵩比重 $80\text{g}/\text{l} \sim 300\text{g}/\text{l}$ の疎水化された二酸化珪素微粉末は、ハロゲン化シランの火炎加水分解によって得た二酸化珪素を有機珪素化合物の疎水化剤と共に機械的に粉碎し、あるいは該二酸化珪素を機械的に粉碎した後に疎水化処理して製造されている。

本発明者らは、従来の二酸化珪素粉末に含有される凝集物は、該粉末を機械的に粉碎して微粒子化する際に生じ、流動性の悪い粉体に過度の機械的粉碎力が加わることが原因であるとを見出し、二酸化珪素粉末を疎水化処理した後に粉碎すれば凝集物の少ない二酸化珪素の微粒子を得ることができることを知見を得た。

【0006】

【課題の解決手段:発明の構成】本発明によれば、ハロゲン化シランの火炎加水分解によって得た二酸化珪素微粉末を有機珪素化合物によって疎水化処理した後に機械的に粉碎することを特徴とする二酸化珪素微粉末の製造方法が提供される。

【0007】

本発明に用いられるハロゲン化シランの火炎加水分解によって生じた二酸化珪素粉末とは、例えば特公昭 47-46274 号の製法によって製造された二酸化珪素粉末を云う。

above-mentioned silicon dioxide powder, when this is filled in resin, there is a problem which impairs transparency of resin.

As one example, when adding conventional silicon dioxide powder fine powder 40 parts by weight to silicon oil 100 parts by weight, torque is 8 Kg·cm, but resin clouding does because agglomerate is mainly included and transparency is impaired.

As for this agglomerate, fine particle of silicon dioxide cohering, with coarse particle of white of particle diameter approximately 1 mm extent which it occurs, adding to resin, agitating mixing to mechanical, it does not disperse.

【0004】

{problem for solving of invention} this invention, being something which solves conventional above-mentioned problem, occasion where it is added to resin, does not impair transparency of resin, furthermore hydrophobicizing which gives low torque manufacturing method of silicon dioxide fine powder which is done is offered makes objective.

【0005】

Until recently, hydrophobicizing of specific surface area $80\text{m}^2/\text{g} \sim 180\text{m}^2/\text{g}$, bulk specific gravity $80\text{g}/\text{l} \sim 300\text{g}/\text{l}$ silicon dioxide which is acquired with flame hydrolysis of halosilane with hydrophobicizing agent of organosilicon compound it pulverizes silicon dioxide fine powder which is done, in mechanical, or after pulverizing said silicon dioxide in mechanical, hydrophobic treatment it does and is produced.

As for these inventors, as for agglomerate which is contained in conventional silicon dioxide powder, pulverizing said powder in mechanical, when making fine particles doing, it occurs, excessive mechanical milling force joins to powder where flow property is bad it is a cause, if you discover and hydrophobic treatment after doing silicon dioxide powder, you pulverize, it acquired knowledge which can acquire fine particle of silicon dioxide where agglomerate is little.

【0006】

According to {Means of Solution: Constitution of Invention of problem} this invention, hydrophobic treatment after doing, pulverizes silicon dioxide fine powder which is acquired with flame hydrolysis of halosilane manufacturing method of silicon dioxide fine powder which is made feature is offered to mechanical with organosilicon compound.

【0007】

silicon dioxide powder which it occurs with flame hydrolysis of halosilane which is used for this invention is silicon dioxide powder which is produced with production method of the for example Japan Examined Patent Publication Sho 47-46274

この製法は、四塩化珪素ガスを酸素と水素の火炎中に通じ、高温下で加水分解させる方法であり、二酸化珪素の微粒子が得られる。

【0008】

上記二酸化珪素の疎水化処理は、従来行なわれているこの種の疎水化処理方法によって行なうことができ、使用する有機珪素化合物も一般に疎水化剤として用いるものであれば良い。

一般に用いられている疎水化剤は二酸化珪素粉末表面の水酸基等の形で結合してこれを封鎖し、かつ自身が疎水基を有する化合物であつて、実用されているのは、疎水基を有するシランカップリング剤、シリル化剤などであり、具体的には、例えば、ヘキサメチルジシラザン、ヘキサメチルジシロキサン、トリメチルシラノール、トリメチルシランエトキシド、トリメチルシランメトキシドなどのオルガノシロキサンやオルガノポリシロキサンなどが好適に用いられる。

【0009】

疎水化剤として使用される上記有機珪素化合物の使用量は特に限定されないが、実用上、原料の二酸化珪素微粉末に対して0.5~40重量%が好ましい。

使用量が0.5重量%より少ないと、疎水化の効果が低く、また使用量が40重量%を越えても疎水化の効果は大きな差はない。

また、疎水化処理の反応条件も特に限定されないが、好適には、不活性ガス雰囲気下で60degC~350degCの温度範囲で上記有機珪素化合物を二酸化珪素粉末に混合し10分~4時間保持した後に乾燥し、未反応物および副生成物を除去する方法によれば良い。

不活性ガス雰囲気下で疎水化反応を行なわることにより疎水化剤の酸化が防止される。

反応温度が60degCよりも低いと十分に疎水化反応が進行せず、また350degCよりも高いと疎水化剤が熱分解するので好ましくない。

【0010】

number.

As for this production method, silicon tetrachloride gas it leads in flame of oxygen and hydrogen, with method which hydrolysis is done, fine particle of the silicon dioxide is acquired under high temperature.

【0008】

hydrophobic treatment of above-mentioned silicon dioxide does with hydrophobic treatment method of this kind which is done until recently, it is possible, if also the organosilicon compound which is used generally is something which it uses as hydrophobicizing agent, it is good.

Connecting in hydroxy group some shape of silicon dioxide powder surface, this capped chain it does hydrophobicizing agent which is used generally, with compound where at sametime itself has hydrophobic group, as for being utilized, with silane coupling agent, silylation etc which possesses hydrophobic group, concretely, it can use for ideal the for example hexamethyl disilazane, hexamethyl disiloxane, trimethyl silanol, trimethyl silane ethoxide, trimethyl silane methoxide or other organosiloxane and organopolysiloxane etc.

【0009】

amount used of above-mentioned organosilicon compound which is used as hydrophobicizing agent especially is not limited. In regard to utility, 0.5~40 weight% are desirable vis-a-vis silicon dioxide fine powder of starting material.

When amount used is less than 0.5 weight%, effect of hydrophobicizing is low, inaddition amount used exceeding 40 weight%, as for effect of hydrophobicizing is not a large difference.

In addition, either reaction condition of hydrophobic treatment especially is not limited. Ideally, under inert gas atmosphere it mixes above-mentioned organosilicon compound to the silicon dioxide powder with temperature range of 60degC~350degC and 10 min~4 hours after keeping, it dries, according to method which removes unreacted matter and by-product it is good.

oxidation of hydrophobicizing agent is prevented hydrophobicizing reaction line わ by doing under inert gas atmosphere.

When reaction temperature when it is low in comparison with 60degC hydrophobicizing reaction not to advance to fully, it is high in addition in comparison with 350degC, because hydrophobicizing agent does thermal decomposition, it is not desirable.

【0010】

原料の二酸化珪素粉末を疎水化処理した後に、比表面積 $80\text{m}^2/\text{g} \sim 180\text{m}^2/\text{g}$ 、嵩比重 $80\text{g/l} \sim 300\text{g/l}$ になるまで機械的に粉碎する。

機械的粉碎手段は、ボールミル、コニカルミル、タワーミルなど通常の粉碎機を用いることができる。

また、石臼などのように磨碎力をを利用して粉碎しても良い。

粉碎条件も特に限定されない。

一例として、通常のボールミルを用いて粉碎する場合には、10~200rpmの回転数で、5分~8時間攪拌すれば良い。

なお、比表面積および嵩比重が上記範囲外であるときは、この二酸化珪素粉末を樹脂に添加した場合、樹脂の硬化前のトルク値が $10\text{Kg} \cdot \text{cm}$ 以上になる。

【0011】

原料の二酸化珪素粉末を疎水化処理した後に粉碎することにより、凝集物が少ない二酸化珪素の微粉末を得られる。

なお、機械的粉碎処理を疎水化処理と同時に行なう場合には、機械的粉碎後に疎水化処理する方法よりも、樹脂に添加した場合に樹脂の白濁の程度は少ないが透明性を維持する点でまだ不十分である。

これは疎水化処理が十分に行なわれない段階で二酸化珪素粉末が機械的に粉碎されるために依然として凝集物が発生し、透明性に影響を与える程度の量の凝集物が含まれるためであると考えられる。

【0012】

【発明の効果】

本発明の製造方法によって得られた二酸化珪素微粉末は樹脂に混入したときに白濁を生じることがなく、かつ低いトルク値を得ることができる。

一例として、シリコーンオイル 100 重量部に該二酸化珪素微粉末を 40 重量部混合すると、トルク値 $8\text{Kg} \cdot \text{cm}$ の透明な樹脂組成物を得られる。

【0013】

【実施例および比較例】

Until hydrophobic treatment after doing silicon dioxide powder of starting material, it becomes the specific surface area $80\text{m}^2/\text{g} \sim 180\text{m}^2/\text{g}$ 、bulk specific gravity $80\text{g/l} \sim 300\text{g/l}$, it pulverizes in mechanical.

mechanical milling means can use conventional mill such as ball mill、conical mill、tower mill .

In addition, white mortar or other way it is good pulverizing making use of the grinding force.

Either milling condition especially is not limited.

When it pulverizes as one example, making use of conventional ball mill, if with the rotation rate of 10 - 200 rpm, 5 min~8-hour it agitates, it is good.

Furthermore, when specific surface area and bulk specific gravity are above-mentioned out of range, when this silicon dioxide powder is added to resin, torque beforehardening resin becomes $10\text{ Kg} \cdot \text{cm}$ or greater.

【0011】

fine powder of silicon dioxide where agglomerate is little hydrophobic treatment after doing silicon dioxide powder of starting material, by pulverizing, is acquired.

Furthermore, when it does mechanical pulverizing process simultaneously with hydrophobic treatment, after mechanical pulverizing when it adds to resin, in comparison with method which hydrophobic treatment is done, extent of clouding of resin is little, but it is a insufficient still in point which maintains the transparency.

As for this agglomerate occurs because silicon dioxide powder is pulverized to the mechanical with step where hydrophobic treatment is not done in fully as still, is thought that is, because agglomerate of quantity of the extent which produces effect on transparency is included.

【0012】

【Effects of the Invention】

silicon dioxide fine powder which is acquired with manufacturing method of this invention when mixing to resin, causes clouding, torque where is not, at the same time is low can be acquired.

As one example, when said silicon dioxide fine powder 40 parts by weight is mixed to silicone oil 100 parts by weight, transparent resin composition of torque $8\text{ Kg} \cdot \text{cm}$ is acquired.

【0013】

【Working Example(s) and Comparative Example(s)】

以下、本発明を実施例に基づいて具体的に説明するが、以下の実施例は本発明を限定するものではない。

【0014】

実施例 1

四塩化珪素を酸水素炎中で加水分解して得た二酸化珪素粉末(日本アエロジル社製:商品名Aerosil200)200g にヘキサメチルジシラザン13gを加えて混合した後に、150 deg Cで熱処理を行ない211gの疎水化された二酸化珪素粉末を得た。

この二酸化珪素粉末を内容積400リットルのボールミルに装入し、2時間粉碎して比表面積160m²/g、嵩比重240g/lの微粉末を得た。

この二酸化珪素粉末40部と透明なシリコーンオイル(商品名KF96:10000CS)100部をロータミキサーに入れて混合(60rpm, 30 deg C, 15分間)し、ラボプラスミル(東洋精機社製)を用い、シリコーンオイルのトルク値を測定した。

トルク値は8Kg·cmであった。

また上記二酸化珪素粉末を混合したシリコーンオイルは白濁せず透明であった。

【0015】

実施例 2

実施例1の二酸化珪素粉末に代えて、疎水化処理された他の二酸化珪素粉末(日本アエロジル社製:商品名RY200)を用い、実施例1と同様に粉碎処理して比表面積105m²/g、嵩比重148g/lの二酸化珪素粉末を得た。

この粉体を実施例1と同一の条件でシリコーンオイルに添加してトルク値を測定したところ、5Kg·cmであった。

また上記二酸化珪素粉末を混合したシリコーンオイルは白濁せず透明であった。

【0016】

実施例 3

四塩化珪素を酸水素炎中で加水分解して得た二酸化珪素粉末(日本アエロジル社製:商品名Aerosil200)200gにトリメチルエトキシシラン4Kgを加えて混合した後に、150 deg Cで熱処理を行ない疎水化された二酸化珪素粉末を得た。

Below, this invention is explained concretely on basis of Working Example, but Working Example below is not something which limits this invention.

[0014]

Working Example 1

hydrolysis doing silicon tetrachloride in acid hydrogen flame, silicon dioxide powder which it acquires (Nippon Aerosil Co. Ltd. (DB 69-070-2188) supplied: tradename Aerosil200) after mixing to 200 g including hexamethyl disilazane 13g, it did thermal processing with 150 deg C and hydrophobicizing of 211 g it acquired silicon dioxide powder which isdone.

It loaded this silicon dioxide powder in ball mill of internal volume 400 liter, 2 hours pulverized and acquired fine powder of specific surface area 160m²/g, bulk specific gravity 240 g/l.

This silicon dioxide powder 40 part and transparent silicone oil (tradename KF96:10000 cs) inserting 100 parts in rotor mixer, mixture(60 rpm, 30 deg C, 15 min) it did, it measured torque of silicone oil making use of laboratory plastic mill (Toyo Seiki supplied).

torque was 8 Kg * cm.

In addition silicone oil which mixes above-mentioned silicon dioxide powder did not do clouding and it was a transparent.

[0015]

Working Example 2

Replacing to dioxide powder of Working Example 1, pulverizing process doing in same way as Working Example 1 making use of other silicon dioxide powder (Nippon Aerosil Co. Ltd. (DB 69-070-2188) supplied: tradename RY200) which hydrophobic treatment is done, it acquired silicon dioxide powder of specific surface area 105m²/g, bulk specific gravity 148 g/l.

Adding this powder to silicone oil with same condition, as Working Example 1 when it measured torque, they were 5 Kg * cm.

In addition silicone oil which mixes above-mentioned silicon dioxide powder did not do clouding and it was a transparent.

[0016]

Working Example 3

hydrolysis doing silicon tetrachloride in acid hydrogen flame, silicon dioxide powder which it acquires (Nippon Aerosil Co. Ltd. (DB 69-070-2188) supplied: tradename Aerosil200) after mixing to 200 g including trimethyl ethoxy silane 4 Kg, it did thermal processing with 150 deg C and it

この二酸化珪素粉末を内容積400リットルのボールミルに装入し、2時間粉碎して比表面積151m²/g、嵩比重86g/lの微粉末を得た。

この二酸化珪素粉末を実施例1と同一の条件でシリコーンオイルに添加してトルク値を測定したところ、9Kg·cmであった。

また上記二酸化珪素粉末を混合したシリコーンオイルは白濁せず透明であった。

【0017】

比較例1

実施例3の処理工程において、疎水化処理に先立って原料の二酸化珪素粉末を粉碎して嵩比重135g/lにした後に、180deg Cの温度下で疎水化処理を行なう以外は実施例3と同様に処理して、比表面積140m²/g、嵩比重150g/lの二酸化珪素粉末を得た。

この粉体を実施例1と同一の条件でシリコーンオイルに添加してトルク値を測定したところ、トルク値は9Kg·cmであったが、シリコーンオイルは白濁していた。

【0018】

比較例2

四塩化珪素を酸水素炎中で加水分解して得た二酸化珪素粉末(日本エアロジル社製:商品名Aerosil200)20Kgとトリメチルエトキシシラン4Kgを内容積400リットルのボールミルに入れ、70deg Cに保って、60rpmで2時間回転した後に、内容物を窒素気流中にて200deg C、2時間保持し、未反応物および副生物を揮発除去した。

得られた疎水化された二酸化珪素粉末の比表面積は158m²/g、嵩比重214g/lであった。

この粉体を実施例1と同一の条件でシリコーンオイルに添加してトルク値を測定したところ、トルク値は8Kg·cmであったが、シリコーンオイルは白濁していた。

【手続補正書】提出日】

平成5年8月26日

【手続補正1】補正対象書類名】

acquired silicon dioxide powder which hydrophobicizing isdone.

It loaded this silicon dioxide powder in ball mill of internal volume 400 liter, 2 hours pulverized and acquired fine powder of specific surface area 151m²/g, bulk specific gravity 86 g/l.

Adding this silicon dioxide powder to silicone oil with same condition, as Working Example 1 whenit measured torque, they were 9 Kg · cm.

In addition silicone oil which mixes above-mentioned silicon dioxide powder did not do clouding and it was a transparent.

【0017】

Comparative Example 1

In treatment step of Working Example 3, preceding hydrophobic treatment, pulverizing silicon dioxide powder of starting material, after making bulk specific gravity 135 g/l, other than doing hydrophobic treatment under temperature of 180 deg C, treating in same way as Working Example 3, itacquired silicon dioxide powder of specific surface area 140m²/g, bulk specific gravity 150 g/l.

Adding this powder to silicone oil with same condition, as Working Example 1 whenit measured torque, torque was 9 Kg · cm, but silicone oil had done clouding.

【0018】

Comparative Example 2

hydrolysis doing silicon tetrachloride in acid hydrogen flame, silicon dioxide powder which it acquires (Nippon Aerosil Co. Ltd. (DB 69-070-2188) supplied: tradename Aerosil200) you inserted 20 Kg and trimethyl ethoxy silane 4 Kg in ball mill of the internal volume 400 liter, maintained at 70 deg C, with 60 rpm 2 hours after turning,200 deg C、2 hours you kept contents in nitrogen stream, volatilization removed unreacted matter and by-product.

hydrophobicizing which it acquires specific surface area of silicon dioxide powder which is done was158 m²/g, bulk specific gravity 214 g/l.

Adding this powder to silicone oil with same condition, as Working Example 1 whenit measured torque, torque was 8 Kg · cm, but silicone oil had done clouding.

1993 August 26 days

明細書

specification

【補正対象項目名】

全文

full text

【補正方法】

変更

Modification

【補正内容】

書類名】	明細書	
document name >	specification	
発明の名称】	樹脂充填材用	酸化珪素微粉末
Title of Invention】	resin filler	silicon oxide fine powder

【特許請求の範囲】

【請求項 1】樹脂充填材用二酸化珪素微粉末であつて、樹脂に充填後の基準トルク値が 10Kg·cm 以下であり、樹脂の透明性を維持する二酸化珪素微粉末。

【請求項 2】比表面積 80~180m²/g、嵩比重 80~300g/l であつて、樹脂に充填後の基準トルク値が 10Kg·cm 以下であり、樹脂の透明性を維持する請求項 1 の二酸化珪素微粉末。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、各種樹脂組成物に添加した際に、樹脂の透明性を損なわず、かつ硬化前のトルク値を低く維持できる樹脂充填用二酸化珪素微粉末に関する。

【0002】室温硬化型エラストマー、接着剤、あるいは高温加硫型シリコンゴム等として用いられる各種樹脂組成物において、硬化後に高い強度特性を賦与するために樹脂に充填材を添加する場合が多く、従来、二酸化珪素粉末が充填材として用いられている。

一方、これらの樹脂組成物は、成形時間や成形時の取扱い易さなどの点から、硬化前のトルク値が低く、具体的には 10Kg·cm 以下であることが求められる。

ところが、一般に充填材の添加量が多くなると樹脂のトルク値が高くなり、通常の二酸化珪素粉末用いた場合には、これを 40 重量部程度を添加して必要強度を達成する条件下で、10Kg·

[Claim(s)]

With silicon dioxide fine powder for {Claim 1} resin filler, standard torque after being filled being 10 Kg·cm or less in resin, silicon dioxide fine powder, which maintains transparency of resin

With {Claim 2} specific surface area 80~180m²/g, bulk specific gravity 80~300 g/l, standard torque after being filled being 10 Kg·cm or less in the resin, silicon dioxide fine powder, of Claim 1 which maintains transparency of resin

[Description of the Invention]

[0001]

{Industrial Area of Application} this invention, occasion where it adds to various resin composition, does not impair transparency of resin, regards silicon dioxide fine powder for resin fullness which at same time can maintain torque before hardening low.

After hardening when filler is added to resin in order to granthigh intensity characteristic in various resin composition which are used as {0002} room temperature curing type elastomer, adhesive, or the high temperature vulcanization type silicone rubber etc, is many, until recently, silicon dioxide powder is used as filler.

On one hand, as for these resin composition, from ease of handling or other point at time of molding time and formation, torque before hardening is low as much as possible, they are 10 Kg·cm or less concretely, it is sought.

However, when becomes generally addition quantity of filler many, when the torque of resin becomes high, conventional silicon dioxide powder uses, this adding 40 parts by weight extent, under condition which achieves necessary strength, as

cm 以下のトルク値を得るのは難しい。

【0003】そこで、従来、二酸化珪素粉末を比表面積 $80\text{m}^2/\text{g} \sim 180\text{m}^2/\text{g}$ 、嵩比重 $80 \sim 300\text{g/l}$ に疎水化し、かつ圧密することにより低トルク値を得る試みがなされているが、従来の上記二酸化珪素粉末には凝集物が多く含まれるため、これを樹脂に充填すると樹脂の透明性を損なう問題がある。

一例として、シリコンオイル 100 重量部に従来の二酸化珪素粉末微粉末 40 重量部を添加したときのトルク値は $8\text{Kg} \cdot \text{cm}$ であるが、凝集物が多く含まれるために樹脂が白濁し透明性が損なわれる。

この凝集物は、二酸化珪素の微粒子が凝集して生じる粒径約 1mm 程度の白色の粗粒子であり、樹脂に添加して機械的に搅拌混合しても分散しない。

【0004】

【発明の解決課題】本発明は、従来の上記課題を解決するものであって、樹脂に添加された際に、樹脂の透明性を損なわず、しかも低トルク値を与える疎水化された樹脂充填用二酸化珪素微粉末を提供することを目的とする。

【0005】従来、比表面積 $80 \sim 180\text{m}^2/\text{g}$ 、嵩比重 $80 \sim 300\text{g/l}$ の疎水化された二酸化珪素微粉末は、ハロゲン化シランの火炎加水分解によって得た二酸化珪素を有機珪素化合物の疎水化剤と共に機械的に粉碎し、あるいは該二酸化珪素を機械的に粉碎した後に疎水化処理して製造されている。

本発明者らは、従来の二酸化珪素粉末に含有される凝集物は、該粉末を機械的に粉碎して微粒子化する際に生じ、流動性の悪い粉体に過度の機械的粉碎力が加わることが原因であるとを見出し、二酸化珪素粉末を疎水化処理した後に粉碎すれば凝集物の少ない二酸化珪素の微粒子を得ることができ、これは樹脂に充填した場合に、樹脂の透明性を損なわず、しかも低トルク値を与えることができる知見を得た。

本発明はかかる知見に基づいて従来の上記問題を解決した。

【0006】

for obtaining torque of $10\text{ Kg} \cdot \text{cm}$ or less it is difficult.

{0003} There, until recently, silicon dioxide powder hydrophobicizing is done in specific surface area $80\text{m}^2/\text{g} \sim 180\text{m}^2/\text{g}$ 、bulk specific gravity $80 \sim 300\text{ g/l}$, attempt which obtains low torque at same time by consolidation doing has done, but because agglomerate is mainly included in conventional above-mentioned silicon dioxide powder, when this is filled in the resin, there is a problem which impairs transparency of resin.

As one example, when adding conventional silicon dioxide powder fine powder 40 parts by weight to silicon oil 100 parts by weight, torque is $8\text{ Kg} \cdot \text{cm}$, but resin clouding does because agglomerate is mainly included and transparency is impaired.

As for this agglomerate, fine particle of silicon dioxide cohering, with coarse particle of white of particle diameter approximately 1 mm extent which it occurs, adding to resin, agitating mixing to mechanical, it does not disperse.

[0004]

{problem for solving of invention} this invention, being something which solves conventional above-mentioned problem, occasion where it is added to resin, does not impair transparency of resin, furthermore hydrophobicizing which gives low torque silicon dioxide fine powder for resin fullness which is done is offered makes objective.

{0005} silicon dioxide which is acquired with flame hydrolysis of halosilane with the hydrophobicizing agent of organosilicon compound it pulverizes silicon dioxide fine powder which until recently, the hydrophobicizing of specific surface area $80 \sim 180\text{m}^2/\text{g}$ 、bulk specific gravity $80 \sim 300\text{ g/l}$ is done, in mechanical, or after pulverizing the said silicon dioxide in mechanical, hydrophobic treatment it does and is produced.

As for these inventors, as for agglomerate which is contained in conventional silicon dioxide powder, pulverizing said powder in mechanical, when making fine particles doing, it occurs, excessive mechanical milling force joins to powder where flow property is bad it is a cause, if you discover and hydrophobic treatment after doing silicon dioxide powder, you pulverize, be able to acquire fine particle of silicon dioxide where the agglomerate is little, as for this when it is filled in resin, transparency of resin was not impaired, knowledge which furthermore gives low torque and is possible was acquired.

this invention solved conventional above-mentioned problem on basis of the this knowledge.

[0006]

【発明の構成】本発明によれば以下の樹脂充填用二酸化珪素微粉末が提供される。

(1) 樹脂充填材用二酸化珪素微粉末であって、樹脂に充填後の基準トルク値が 10Kg·cm 以下であり、樹脂の透明性を維持する二酸化珪素微粉末。

(2) 比表面積 80~180m²/g、嵩比重 80~300g/l であって、樹脂に充填後の基準トルク値が 10Kg·cm 以下であり、樹脂の透明性を維持する上記(1)の二酸化珪素微粉末。

【0007】

【発明の具体的な説明】本発明に用いられる二酸化珪素粉末はハロゲン化シランの火炎加水分解によって得られるものであり、例えば、特公昭 47-46274 号の製法によって製造される。

この製法は、四塩化珪素ガスを酸素と水素の火炎中に通じ、高温下で加水分解させることであり、二酸化珪素の微粒子が得られる。

【0008】本発明の二酸化珪素粉末は有機珪素化合物によって疎水化処理されたものである。

疎水化処理の方法は従来行なわれている方法によって行なうことができ、使用する有機珪素化合物も一般に疎水化剤として用いるものであれば良い。

一般に用いられている疎水化剤は二酸化珪素粉末表面の水酸基等の形で結合してこれを封鎖し、かつ自身が疎水基を有する化合物であって、実用されているのは、疎水基を有するシランカップリング剤、シリル化剤などであり、具体的には、例えば、ヘキサメチルジシラザン、ヘキサメチルジシロキサン、トリメチルシラノール、トリメチルシランエトキシド、トリメチルシランメトキシドなどのオルガノシロキサンやオルガノポリシロキサンなどが好適に用いられる。

【0009】疎水化剤として使用される上記有機珪素化合物の使用量は特に限定されないが、実用上、原料の二酸化珪素微粉末に対して 0.5~40 重量%が好ましい。

使用量が 0.5 重量%より少ないと、疎水化の効果が低く、また使用量が 40 重量%を越えて疎水化の効果は大きな差はない。

また、疎水化処理の反応条件も特に限定されないが、好適には、不活性ガス雰囲気下で 60 deg

According to {Constitution of Invention} this invention silicon dioxide fine powder for resin fullness below is offered.

With silicon dioxide fine powder for (1) resin filler, standard torque after being filled being 10 Kg·cm or less in resin, silicon dioxide fine powder, which maintains transparency of resin

With (2) specific surface area 80~180m²/g, bulk specific gravity 80~300 g/l, standard torque after being filled being 10 Kg·cm or less in the resin, silicon dioxide fine powder of above-mentioned (1) which maintains transparency of resin

[0007]

silicon dioxide powder which is used for {exemplary explanation of invention} this invention being something which is acquired with flame hydrolysis of halosilane, is produced with production method of for example Japan Examined Patent Publication Sho 47-46274 number.

As for this production method, silicon tetrachloride gas it leads in flame of oxygen and hydrogen, with method which hydrolysis is done, fine particle of the silicon dioxide is acquired under high temperature.

silicon dioxide powder of {0008} this invention is something which hydrophobic treatment is done with organosilicon compound.

method of hydrophobic treatment does with method which is done until recently, it is possible, if also organosilicon compound which is used generally is something which it uses as hydrophobicizing agent, it is good.

Connecting in hydroxy group some shape of silicon dioxide powder surface, this capped chain it does hydrophobicizing agent which is used generally, with compound where at sametime itself has hydrophobic group, as for being utilized, with silane coupling agent, silylation etc which possesses hydrophobic group, concretely, it can use for ideal the for example hexamethyl disilazane, hexamethyl disiloxane, trimethyl silanol, trimethyl silane ethoxide, trimethyl silane methoxide or other organosiloxane and organopolysiloxane etc.

amount used of above-mentioned organosilicon compound which is used as {0009} hydrophobicizing agent especially is not limited. In regard to utility, 0.5~40 weight% are desirable vis-a-vis silicon dioxide fine powder of starting material.

When amount used is less than 0.5 weight%, effect of hydrophobicizing is low, in addition amount used exceeding 40 weight%, as for effect of hydrophobicizing is not a large difference.

In addition, either reaction condition of hydrophobic treatment especially is not limited. Ideally, under inert gas

C~350 deg C の温度範囲で上記有機珪素化合物を二酸化珪素粉末に混合し10分~4時間保持した後に乾燥し、未反応物および副生成物を除去する方法によれば良い。

不活性ガス雰囲気下で疎水化反応を行なわせることにより疎水化剤の酸化が防止される。

反応湿度が60 deg Cよりも低いと十分に疎水化反応が進行せず、また350 deg Cよりも高いと疎水化剤が熱分解するので好ましくない。

【0010】原料の二酸化珪素粉末を疎水化処理した後に、比表面積 80~180m²/g、嵩比重 80~300g/l になるまで機械的に粉碎する。

機械的粉碎手段は、ボールミル、コニカルミル、タワーミルなど通常の粉碎機を用いることができる。

また、石臼などのように磨碎力をを利用して粉碎しても良い。

粉碎条件も特に限定されない。

一例として、通常のボールミルを用いて粉碎する場合には、10~200rpm の回転数で、5分~8時間攪拌すれば良い。

なお、比表面積および嵩比重が上記範囲外であるときは、この二酸化珪素粉末を樹脂に添加した場合、樹脂の硬化前のトルク値が 10Kg·cm 以上になる。

【0011】原料の二酸化珪素粉末を疎水化処理した後に機械的に粉碎することにより、凝集物が少ない二酸化珪素の微粉末を得られる。

なお、機械的粉碎処理を疎水化処理と同時に行なう場合には、機械的粉碎後に疎水化処理する方法よりも、樹脂に添加した場合に樹脂の白濁の程度は少ないが透明性を維持する点でまだ不十分である。

これは疎水化処理が十分に行なわれない段階で二酸化珪素粉末が機械的に粉碎されるために依然として凝集物が発生し、透明性に影響を与える程度の量の凝集物が含まれるためであると考えられる。

【0012】

atmosphere it mixes above-mentioned organosilicon compound to the silicon dioxide powder with temperature range of 60 deg C~350 deg C and 10 min~4 hours after keeping, it dries, according to method which removes unreacted matter and by-product it is good.

oxidation of hydrophobicizing agent is prevented hydrophobicizing reaction line わ by doing under inert gas atmosphere.

When reaction humidity when it is low in comparison with 60 deg C the hydrophobicizing reaction not to advance to fully, it is high in addition in comparison with 350 deg C, because hydrophobicizing agent does thermal decomposition, it is not desirable.

Until hydrophobic treatment after doing silicon dioxide powder of {0010} starting material, it becomes the specific surface area 80~180m²/g、bulk specific gravity 80~300 g/l, it pulverizes in mechanical.

mechanical milling means can use conventional mill such as ball mill、conical mill、tower mill .

In addition, white mortar or other way it is good pulverizing making use of the grinding force.

Either milling condition especially is not limited.

When it pulverizes as one example, making use of conventional ball mill, if with the rotation rate of 10 - 200 rpm, 5 min~8-hour it agitates, it is good.

Furthermore, when specific surface area and bulk specific gravity are above-mentioned out of range, when this silicon dioxide powder is added to resin, torque beforehardening resin becomes 10 Kg * cm or greater.

fine powder of silicon dioxide where agglomerate is little hydrophobic treatment after doing silicon dioxide powder of {0011} starting material, by pulverizing in mechanical, is acquired.

Furthermore, when it does mechanical pulverizing process simultaneously with hydrophobic treatment, after mechanical pulverizing when it adds to resin, in comparison with method which hydrophobic treatment is done, extent of clouding of resin is little, but it is a insufficient still in point which maintains the transparency.

As for this agglomerate occurs because silicon dioxide powder is pulverized to the mechanical with step where hydrophobic treatment is not done in fully as still, is thought that is, because agglomerate of quantity of the extent which produces effect on transparency is included.

[0012]

【発明の効果】以上のようにして得られる本発明の二酸化珪素微粉末は樹脂に混入したときに白濁を生じることがなく、かつ低いトルク値を得ることができる。

一例として、シリコーンオイル 100 重量部に該二酸化珪素微粉末を 40 重量部混合すると、トルク値 8Kg·cm の透明な樹脂組成物を得られる。

なお、本明細書において、説明の便宜上、シリコーンオイル 100 重量部に二酸化珪素微粉末を 40 重量部混合したときのトルク値を基準トルク値とする。

【0013】

【実施例および比較例】以下、本発明を実施例に基づいて具体的に説明するが、以下の実施例は本発明を限定するものではない。

【0014】実施例 1

四塩化珪素を酸水素炎中で加水分解して得た二酸化珪素粉末(日本エロジル社製:商品名Aerosil200)200g にヘキサメチルジシラザン 13g を加えて混合した後に、150 deg C で熱処理を行ない 211g の疎水化された二酸化珪素粉末を得た。

この二酸化珪素粉末を内容積 4 リットルのボールミルに装入し、2 時間粉碎して比表面積 160m²/g、嵩比重 240g/l の微粉末を得た。

この二酸化珪素粉末 40 部と透明シリコーンオイル(商品名 KF96:10000CS)100 部をロータミキサーに入れて混合(60rpm, 30 deg C, 15 分間)し、ラボプラスミル(東洋精機社製)を用い、シリコーンオイルの基準トルク値を測定したところ、8Kg·cm であった。

また上記二酸化珪素粉末を混合したシリコーンオイルは白濁せず透明であった。

【0015】実施例 2

実施例 1 の二酸化珪素粉末に代えて、疎水化処理された他の二酸化珪素粉末(日本エロジル社製:商品名 RY200)を用い、実施例 1 と同様に粉碎処理して比表面積 105m²/g、嵩比重 148g/l の二酸化珪素粉末を得た。

この粉体を実施例 1 と同一の条件でシリコーンオイルに添加して基準トルク値を測定したとこ

silicon dioxide fine powder of this invention which is acquired like above {Effect of Invention} when mixing to resin, causes clouding, torque where is not, at the same time is low can be acquired.

As one example, when said silicon dioxide fine powder 40 parts by weight is mixed to silicone oil 100 parts by weight, transparent resin composition of torque 8 Kg·cm is acquired.

Furthermore, when on convention of explanation, 40 parts by weight mixing the silicon dioxide fine powder in silicone oil 100 parts by weight in this specification, torque is designated as standard torque.

【0013】

Below {Working Example and Comparative Example}, this invention is explained concretely on basis of the Working Example, but Working Example below is not something which limits this invention.

【0014】Working Example 1

hydrolysis doing silicon tetrachloride in acid hydrogen flame, silicon dioxide powder which it acquires (Nippon Aerosil Co. Ltd. (DB 69-070-2188) supplied: tradename Aerosil200) after mixing to 200 g including hexamethyl disilazane 13g, it did thermal processing with 150 deg C and hydrophobicizing of 211 g it acquired silicon dioxide powder which is done.

It loaded this silicon dioxide powder in ball mill of internal volume 4 liter, 2 hours pulverized and acquired fine powder of specific surface area 160m²/g, bulk specific gravity 240 g/l.

This silicon dioxide powder 40 part and transparent silicone oil (tradename KF96:10000 cs) inserting 100 parts in rotor mixer, when mixture (60 rpm, 30 deg C, 15 min) it did, it measured standard torque of silicone oil making use of laboratory plastic mill (Toyo Seiki supplied), they were 8 Kg·cm.

In addition silicone oil which mixes above-mentioned silicon dioxide powder did not do clouding and it was a transparent.

【0015】Working Example 2

Replacing to dioxide powder of Working Example 1, pulverizing process doing in same way as Working Example 1 making use of other silicon dioxide powder (Nippon Aerosil Co. Ltd. (DB 69-070-2188) supplied: tradename RY200) which hydrophobic treatment is done, it acquired silicon dioxide powder of specific surface area 105m²/g, bulk specific gravity 148 g/l.

Adding this powder to silicone oil with same condition, as Working Example 1 when it measured standard torque, they

ろ、5Kg·cm であった。

また上記二酸化珪素粉末を混合したシリコーンオイルは白濁せず透明であった。

【0016】実施例 3

四塩化珪素を酸水素炎中で加水分解して得た二酸化珪素粉末(日本エロジル社製:商品名Aerosil200)200g ト trimethyl ethoxy silane 40g を加えて混合した後に、150 deg C で熱処理を行ない疎水化された二酸化珪素粉末を得た。

この二酸化珪素粉末を内 容積 4 リットルのボールミルに装入し、2 時間粉碎して比表面積 151m²/g、嵩比重 86g/l の微粉末を得た。

この二酸化珪素粉末を実施例 1 と同一の条件でシリコーンオイルに添加して基準トルク値を測定したところ、9Kg·cm であった。

また上記二酸化珪素粉末を混合したシリコーンオイルは白濁せず透明であった。

【0017】比較例 1

実施例 3 の処理工程において、疎水化処理に先立って原料の二酸化珪素粉末を粉碎して嵩比重 135g/l にした後に、180 deg C の温度下で疎水化処理を行なう以外は実施例 3 と同様に処理して、比表面積 140m²/g、嵩比重 150g/l の二酸化珪素粉末を得た。

この粉体を実施例 1 と同一の条件でシリコーンオイルに添加して基準トルク値を測定したところ、9Kg·cm であったが、シリコーンオイルは白濁していた。

【0018】比較例 2

四塩化珪素を酸水素炎中で加水分解して得た二酸化珪素粉末(日本エロジル社製:商品名Aerosil200)20Kg ト trimethyl ethoxy silane 4Kg を内 容積 400 リットルのボールミルに入れ、70 deg C に保って、60rpm で 2 時間回転した後に、内容物を窒素気流中にて 200 deg C、2 時間保持し、未反応物および副生物を揮発除去した。

得られた疎水化された二酸化珪素粉末の比表面積は 158m²/g、嵩比重 214g/l であった。

この粉体を実施例 1 と同一の条件でシリコーンオイルに添加して基準トルク値を測定したところ、8Kg·cm であったが、シリコーンオイルは白濁していた。

were 5 Kg * cm.

In addition silicone oil which mixes above-mentioned silicon dioxide powder did not do clouding and it was a transparent.

{0016} Working Example 3

hydrolysis doing silicon tetrachloride in acid hydrogen flame, silicon dioxide powder which it acquires (Nippon Aerosil Co. Ltd. (DB 69-070-2188) supplied: tradename Aerosil200)after mixing to 200 g including trimethyl ethoxy silane 40 g, it did thermal processing with 150 deg C and it acquired silicon dioxide powder which hydrophobicizing isdone.

It loaded this silicon dioxide powder in ball mill of internal volume 4 liter, 2 hours pulverized and acquired fine powder of specific surface area 151m²/g、bulk specific gravity 86 g/l.

Adding this silicon dioxide powder to silicone oil with same condition, as Working Example 1 whenit measured standard torque, they were 9 Kg * cm.

In addition silicone oil which mixes above-mentioned silicon dioxide powder did not do clouding and it was a transparent.

{0017} Comparative Example 1

In treatment step of Working Example 3, preceding hydrophobic treatment, pulverizing silicon dioxide powder of starting material, after making bulk specific gravity 135 g/l, other than doing hydrophobic treatment under temperature of 180 deg C, treating in same way as Working Example 3, itacquired silicon dioxide powder of specific surface area 140m²/g、bulk specific gravity 150 g/l.

Adding this powder to silicone oil with same condition, as Working Example 1 whenit measured standard torque, they were 9 Kg * cm, but silicone oil had done the clouding.

{0018} Comparative Example 2

hydrolysis doing silicon tetrachloride in acid hydrogen flame, silicon dioxide powder which it acquires (Nippon Aerosil Co. Ltd. (DB 69-070-2188) supplied: tradename Aerosil200)you inserted 20 Kg and trimethyl ethoxy silane 4 Kg in ball mill of the internal volume 400 liter, maintained at 70 deg C, with 60 rpm 2 hours after turning,200 deg C、2 hours you kept contents in nitrogen stream, volatilization removed unreacted matter and by-product.

hydrophobicizing which it acquires specific surface area of silicon dioxide powder which is done was 158 m²/g、bulk specific gravity 214 g/l.

Adding this powder to silicone oil with same condition, as Working Example 1 whenit measured standard torque, they were 8 Kg * cm, but silicone oil was 濁 white.

JP1994087609A

1994-3-29

濁していた。